



1600 0430

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the Application of

Yuki SASAKI et al.

Application No.: 10/015,611

1619

RECEIVED
JAN 30 2002
FBI CENTER 1600/2900

Filed: December 17, 2001

Docket No.: 111482

For: RESIN POWDER FOR DERMATOLOGIC COMPOSITION, SKIN CLEANSING AGENT
AND COSMETIC COMPOSITION USING THE POWDER, AND PREPARATION
PROCESS OF THE POWDER

CLAIM FOR PRIORITY

Director of the U.S. Patent and Trademark Office
Washington, D.C. 20231

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified patent application and the priority provided in 35 U.S.C. §119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2001-248322 filed August 17, 2001

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application:

 X is filed herewith.
 was filed on in Parent Application No. filed .
 will be filed at a later date.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. §119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

James A. Oliff
Registration No. 27,075

Thomas J. Pardini
Registration No. 30,411

JAO:TJP/mlb
Date: January 7, 2002

OLIFF & BERRIDGE, PLC
P.O. Box 19928
Alexandria, Virginia 22320
Telephone: (703) 836-6400

DEPOSIT ACCOUNT USE
AUTHORIZATION
Please grant any extension
necessary for entry;
Charge any fee due to our
Deposit Account No. 15-0461



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

RECEIVED
JAN 30 2002
TECH CENTER 168/2900

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載さ
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 8月17日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-248322

出 願 人

Applicant(s):

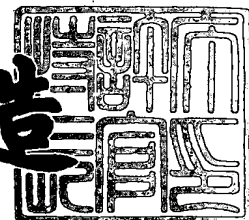
富士ゼロックス株式会社



2001年12月 7日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3106891

【書類名】 特許願

【整理番号】 FE01-01123

【提出日】 平成13年 8月17日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 佐々木 有希

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 松村 保雄

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 青木 孝義

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 富永 悦夫

【特許出願人】

【識別番号】 000005496

【氏名又は名称】 富士ゼロックス株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088155

【弁理士】

【氏名又は名称】 長谷川 芳樹

【選任した代理人】

【識別番号】 100110582

【弁理士】

【氏名又は名称】 柴田 昌聰

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014708

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 皮膚外用組成物用樹脂粉体、これを用いた皮膚洗浄料及び化粧料並びに皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 樹脂粒子の平均体積粒子径が $2.0 \sim 20.0 \mu\text{m}$ であり、形状係数 $SF1$ が $110 \sim 140$ であり且つ平均体積粒度分布 GSD_v が 1.3 以下であることを特徴とする皮膚外用組成物用樹脂粉体。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の皮膚外用組成物用樹脂粉体を配合してなることを特徴とする化粧料。

【請求項 3】 請求項 1 に記載の皮膚外用組成物用樹脂粉体を配合してなることを特徴とする皮膚洗浄料。

【請求項 4】 請求項 1 に記載の皮膚外用組成物用樹脂粉体を乳化重合凝集法にて製造することを特徴とする皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、皮膚外用組成物用樹脂粉体、これを用いた皮膚洗浄料及び化粧料並びに皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法に関する。

【0002】

【従来技術】

従来より、ファンデーション、アイシャドウ、ベビーパウダー、乳液、制汗パウダー、ボディシャンプー等の粉末を含有する化粧料については、主に塗布時の滑らかさ、伸び、肌への密着感、使用後の清涼感等の使用性を改善する目的で、球状樹脂粉末の配合、更に配合される樹脂の改良が行われてきた。

【0003】

例えば特開 2001-151639 号公報には、ポリスチレン等からなる球状微粒子を化粧料に配合することが開示されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、前述した従来の公報に記載の化粧料は、以下に示す課題を有していた。

【 0 0 0 5 】

即ち、上記球状微粒子においては粒径分布（CV 値）が 1 5 % 以下となっており、ほとんど真球に近いものであった。そのため、塗布時の伸びは良好であるものの、化粧料の塗布時に必要とされる付着性ないしは密着感が不十分となり、化粧崩れなどが起こりやすくなっていた。

【 0 0 0 6 】

なお、上記のような球状樹脂粉末は一般的に、乳化重合法や懸濁重合法によって製造されているが、かかる方法では、樹脂粉末における粒度分布が非常に広くなり、形状も真球のものしか得られなかった。

【 0 0 0 7 】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、化粧料や皮膚洗浄料等の塗布時において十分な伸び及び付着性を得ることができる皮膚外用組成物用樹脂粉体、これを用いた皮膚洗浄料及び化粧料並びに皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法を提供することを目的とする。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意検討した結果、樹脂粉体の製造に際して、樹脂粒子についての形状係数 $SF1$ 、樹脂粒子の平均体積粒径、平均体積粒度分布 GSD_v を特定の値に設定することで、上記課題を解決し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 0 9 】

即ち本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体は、樹脂粒子の平均体積粒子径が 2.0 ~ 20.0 μm であり、形状係数 $SF1$ が 1.10 ~ 1.40 であり且つ平均体積粒度分布 GSD_v が 1.3 以下であることを特徴とする。なお、皮膚外用組成物とは、皮膚に塗布し又は皮膚を洗浄するための組成物をいい、化粧料や皮膚洗浄料を含むものである。

【 0 0 1 0 】

この樹脂粉体によれば、皮膚への塗布時において十分な伸び及び付着性が得られる。

【0011】

また、本発明の化粧料は、上記皮膚外用組成物用樹脂粉体を配合してなることを特徴とする。この化粧料によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性が得られるため、使用性が向上する。また、十分な付着性が得られるため、塗布後において化粧崩れなどが起こりにくくなる。

【0012】

更に本発明の皮膚洗浄料は、皮膚外用組成物用樹脂粉体を配合してなることを特徴とする。この皮膚洗浄料によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性が得られるため、使用性が向上する。また、十分な付着性が得られるため、皮膚洗浄料を洗い流した後も皮膚表面にわずかに皮膚洗浄料が付着し、スベスベ感が残る。

【0013】

また、本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法は、皮膚外用組成物用樹脂粉体を乳化重合凝集法にて製造することを特徴とする。

【0014】

この製造方法によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性を得ることができる皮膚外用組成物用樹脂粉体を製造することができる。

【0015】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態について説明する。

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、樹脂粒子の平均体積粒子径が $2.0 \sim 20.0 \mu\text{m}$ であり、好ましくは $2.0 \sim 15.0 \mu\text{m}$ である。上記範囲を外れると、上記樹脂粉体を化粧料や皮膚洗浄料に配合した場合、伸びの良さ等の使用性が劣る。特に $20 \mu\text{m}$ を超える場合は、使用時に異物感が発生し、更に化粧崩れを誘発するおそれがある。また、 $2.0 \mu\text{m}$ 未満では、樹脂粉体を洗浄剤に添加した場合、樹脂粒子が効果的に皮膚に残留せず、当該樹脂粒子表面に微粒子を付着させた場合、樹脂粒子に対する微粒子の付着強度を低下させ、付着

量の減少に伴う微粒子の機能発現を阻害する。

【0016】

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体の平均体積粒度分布 GSD_v は 1.3 以下である。ここで、平均体積粒度分布 GSD_v は、累積分布の D_{16} 、 D_{84} を用いて下記式：

$$GSD_v = (\text{体積} D_{84} / \text{体積} D_{16})^{0.5}$$

で定義される。ここで、体積 D_X とは、図 1 に示すグラフにおいて、曲線 A と D 軸との間の面積を粉体の全体積とした場合に、斜線部の面積が全体積の $X\%$ となるように V 軸に平行に直線を引いたとき、その直線が D 軸と交わる時の D (粒径) の値をいう。

【0017】

こうして定義される GSD_v が 1.3 を超える場合には、粒径が不均一となり、使用時の伸びや清涼感の効果が十分でなくなる。

【0018】

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体における樹脂粒子の形状係数 SF_1 は 110 ~ 140 である。ここで、樹脂粒子の形状係数 SF_1 とは、下記式：

$$SF_1 = (\pi \times (ML/2)^2 / A) \times 100$$

(式中、 ML は樹脂粒子の最大長 (絶対最大長) を、 A は樹脂粒子の投影面積を表す)

で定義される値をいい、樹脂粒子の投影面積とは、樹脂粒子の最大長を直径とする円に樹脂粒子が投影されたときの面積を言う。この形状係数 SF_1 は、100 に近いほど樹脂粒子が真球に近いことを意味し、大きくなればなるほど、表面に凹凸が生じ、真球から遠ざかることを意味する。

【0019】

こうして定義される形状係数 SF_1 が 110 未満では、樹脂粒子の形状が真球に近くなり、塗布時の伸びは良好になるものの、化粧料の塗布時に必要とされる付着性ないしは密着感が不十分となり、塗布時の伸びと付着性の両立が図れなくなる。

【0020】

上記形状係数 $SF1$ が 140 を超えると、樹脂粒子の表面に凹凸が生じるため、皮膚への付着性は向上するものの、塗布時の伸びが不十分となる。

【0021】

上記形状係数 $SF1$ の上限は好ましくは 130、より好ましくは 120 である。形状係数 $SF1$ が 130 以下の場合、樹脂粒子の形状が真球に近づき、皮膚表面での流動性が向上し、メイクアップ化粧品等に配合した場合の塗布時の滑らかさが向上し、皮膚上での均一な塗布が可能となる。

【0022】

形状係数 $SF1$ は、主に顕微鏡画像または走査電子顕微鏡画像を画像解析装置（ニコレ社製 LUZEXIII）によって解析し、樹脂粒子の最大長 ML 、投影面積

A を測定して、これらを上記式に代入することによって算出される。

【0023】

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、樹脂粒子の表面性指標値が 2.0 以下であることが好ましい。ここで、樹脂粒子の表面性指標値は、下記式：

（表面性指標値）＝（比表面積実測値）／（比表面積計算値）

（比表面積計算値）＝ $6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$

（ただし、 n はコールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、 R はコールターカウンターにおけるチャンネル粒径（ μm ）、 ρ ＝樹脂粒子密度（ g/cm^3 ））

で定義される。

【0024】

本発明にいうコールターカウンターとは、日科機社製 TA-II をいう。また、上記比表面積実測値は、島津製作所社製フローソープ 2300 を使用して測定した BET 比表面積値である。表面性指標値が 1.0 に近づくほど樹脂粒子の表面が完全に平滑となる。表面性指標が 2.0 を超えると、樹脂粒子の表面が粗くなりすぎて、化粧品に配合して使用した場合に使用性（伸び）を低下させる傾向がある。

【0025】

また、本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、樹脂粒子の平均個数粒子分布 GSD_p が 1.5 以下であることが好ましい。ここで、平均個数粒子分布 GSD_p は、累積分布の D_{16} 、 D_{84} を用いて下記式：

$$GSD_p = (\text{数}D_{84} / \text{数}D_{16})^{0.5}$$

で定義される。ここで、数 DX とは、図 2 に示すグラフにおいて、曲線 B と D 軸との間の面積を全粒子数とした場合に、斜線部の面積が全粒子数の $X\%$ となるように N 軸に平行に直線を引いたとき、その直線が D 軸と交わる時の D (粒径) の値をいう。

【0026】

こうして定義される GSD_p が 1.5 を超える場合には、粒径が不均一となり、使用時の伸びや清涼感の効果が十分でなくなる。

【0027】

また、本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、体積粒子径が $20\mu m$ 以上である粒子の比率 (体積の比率) が 3% 以下であることが好ましい。体積粒子径が $20\mu m$ 以上である粒子の比率が 3% 以上である場合、皮膚上で円滑な伸びを示さず、塗布時の均一性も失われる傾向がある。特に、この傾向は、樹脂粒子の平均体積粒子径が小さくなり、上記表面性指標が 1.0 に近づくほど顕著に現れる。

【0028】

本発明に用いる樹脂粒子を構成する樹脂の数平均分子量は $3000 \sim 20000$ であることが好ましい。本発明において、数平均分子量とは、分子量測定器 (東ソー社製 HLC-8120) を用いて測定した分子量のことをいう。かかる数平均分子量が 3000 未満では、樹脂粒子が凝集しやすくなり、樹脂が軟らかくなって使用性、保存性等に支障をきたす傾向があり、 20000 を超えると、樹脂粒子が硬くなりすぎて、使用性、保存性等に支障をきたす (即ち化粧品として使用した場合に、化粧料の皮膚への密着感が減少し、更に使用時に突っ張り感が生じる) 傾向がある。

【0029】

また、樹脂粒子を構成する樹脂の重量平均分子量は、 $6000 \sim 100000$

であることが好ましい。本発明でいう重量平均分子量とは、分子量測定器（東ソー社製、HLC-8120）を用い、THFを溶媒として測定した分子量（ポリスチレン換算）を言う。重量平均分子量が6000未満では、樹脂が凝集しやすく、樹脂が軟らかくなって使用性、保存性等に支障をきたす傾向があり、10000を超えると、樹脂が硬すぎて、使用性、保存性等に支障をきたす（即ち化粧品として使用した場合に、化粧料の皮膚への密着感が減少し、更に使用時に突っ張り感が生じる）傾向がある。

【0030】

ここで、樹脂粒子を構成する樹脂のガラス転移温度が40～100℃であることが好ましい。本発明にいうガラス転移温度とは、示差走査熱量計（島津製作所社製、DSC-50）を用いて昇温速度10℃/minで測定した値をいう。ガラス転移温度が40℃未満では、樹脂が軟らかすぎて、使用性、保存性等に支障をきたす傾向があり、100℃を超えると、樹脂が硬くなりすぎて、使用性、保存性等に支障をきたす（即ち化粧品として使用した場合に、化粧料の皮膚への密着感が減少し、更に使用時に突っ張り感が生じる）傾向がある。

【0031】

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、圧縮比が0.6以下であることが好ましい。ここで、圧縮比は、ホソカワミクロン社製パウダーテスターを用いて測定したゆるみ見掛比重Xと固め見掛比重Yを下記式：

$$(\text{圧縮比}) = (\text{固め見掛比重Y} - \text{ゆるみ見掛比重X}) / (\text{固め見掛比重Y})$$

に代入することにより算出される値をいう。

【0032】

圧縮比は、樹脂粒子の流動性の程度を表すパラメータであり、圧縮比が低いと樹脂粒子の流動性が高くなり、高いと樹脂粒子の流動性が低くなる。圧縮比が0.6を超えると、樹脂粒子が流動性を失い滑らかに皮膚上へ塗布することが困難になる傾向がある。

【0033】

本発明の樹脂粉体においては、含水率が3重量%以下であることが好ましい。含水率も樹脂粒子の流動性に大きな影響を与えるものであり、樹脂粉体の含水率

が3重量%を超えると、サラサラ感が低下し、さらに塗布時の伸びも悪くなる傾向がある。一方、樹脂粉体の含水率が3重量%以下の場合、これを皮膚外用組成物に配合することで、流動性の向上が実現できる。なお、含水率は公知の方法で測定することができる。

【0034】

化粧品に配合される樹脂粉体に、原材料への混入物、残留モノマー等の不純物が混入している場合、樹脂粉体の使用性が低下するだけではなく、品質や安全性にも悪影響を与えるため、不純物を極力低減する必要がある。特に揮発成分は、製品製造時や使用時に他の物質に影響を与えたり、更に揮発による匂いで使用時に不快感を与えることがある。従って、樹脂粉体中の揮発分は100ppm以下であることが好ましい。揮発分が100ppm以下である場合は、不快な匂いや、悪影響は一般に発現しない。なお、揮発分の測定は、常法であれば特に限定されるものではないが、ガスクロマトグラフィーによる測定が好ましい。

【0035】

酸価は、樹脂の耐皮脂性に影響を与えると同時に、樹脂粒子と他の物質との付着、凝集に関しても影響を与える。本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、樹脂粒子を構成する樹脂の酸価が1.0～20mg/KOH/gの範囲であることが好ましい。このような樹脂を有する樹脂粉体が化粧品に配合された場合、通常の石鹸や洗顔料により化粧料を洗い流すことができる。また、酸価が上記範囲内にあると、樹脂粒子表面に微粒子を付着させた場合、化粧料や洗浄料として適切な付着力強度を有し、更に樹脂粒子同士の凝集も起こらなくなる。

【0036】

更に、本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、当該樹脂粉体1gをアセトン3gに溶解した後、イオン交換水25gを添加したときに析出する析出物をろ過して得られる溶液の表面張力が20mN以上であることが好ましい。上記溶液の表面張力が20mN未満では、不純物量が多くなり、保管時に凝集体を発生したりする保存性の悪化や、不快な臭気を有するなどの問題が生じ易い。なお、上記溶液の表面張力の上限は70mNである。上記溶液において、表面張力が70mNを超えることはないからである。

【 0 0 3 7 】

また、本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、上記溶液の導電率が $100\ \mu\text{S}$ 以下であることが好ましい。上記溶液の導電率が $100\ \mu\text{S}$ を超えると、不純物量が多くなって保管時に凝集体を発生したりする保存性の悪化や、不快な臭気を有するなどの問題が生じ易くなる。

【 0 0 3 8 】

本発明の樹脂粉体については、上記溶液の表面張力が $20\ \text{mN}$ 以上であり且つ導電率が $100\ \mu\text{S}$ 以下であることが好ましい。この場合、保管時に凝集体を発生したりする保存性の悪化や、不快な臭気が発生するという問題がなくなる。従って、このような樹脂粉体は、皮膚外用組成物の構成成分として好適である。

【 0 0 3 9 】

本発明に係る樹脂粒子に使用する樹脂は特に制限されない。具体的には、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 n -プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2-エチルヘキシル等アクリル系単量体；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 n -プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2-エチルヘキシル等のメタクリル系単量体；さらにアクリル酸、メタクリル酸、スチレンスルホン酸ナトリウム等のエチレン性不飽和酸単量体；さらにアクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブタジエンなどのオレフィン類などの単量体の単独重合体、それらの単量体を 2 種以上組み合わせた共重合体、又はそれらの混合物、さらには、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等、非ビニル縮合系樹脂、又は、それらと前記ビニル系樹脂との混合物、これらの共存下でビニル系単量体を重合して得られるグラフト重合体等を挙げることができる。これらのうち、皮膚外用組成物用としての特性を付与するために配合される樹脂としては、硬度が大きいこと、分子量やガラス転移温度の制御が容易であること及び低コストであること等の観点から、スチ

レン系共重合体が好ましく用いられる。ここで、スチレン系共重合体は、スチレン-アクリレート共重合体であることが好ましい。この場合、樹脂の有する色や伸び、滑らかさの点で優れ、低コストで安定的に製造できるという利点がある。

【 0 0 4 0 】

本発明の樹脂粉体は、伸び及び付着性に優れることから、各種化粧料及び皮膚洗浄料等に配合されるのに好適である。化粧料、皮膚洗浄料としては、粉末を含有する一般的な化粧料、洗浄料であれば限定されず、液状、ペースト状、O/W乳化状、W/O乳化状、ゲル状、粉状、固形状等その形状を問わない。

【 0 0 4 1 】

化粧料としては、例えばファンデーション、口紅、パウダーリップ、リップグロス、頬紅、アイシャドウ、アイライナー、マスカラ、ダスティングパウダー等のメイクアップ化粧料や、ベビーパウダー、シェービングローション、シェービングクリーム、カラミンローション、乳液、クリーム、軟こう、ピールオフパック、制汗剤、デオドラント剤、トリートメント剤、パーマネント液、染毛料、整髪料、ヘアートニック剤、育毛料、養毛料等が挙げられ、洗浄料としては、洗顔クリーム、洗顔パウダーボディシャンプー、シャンプー剤、リンス剤などが挙げられる。

【 0 0 4 2 】

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体を製造する方法としては、乳化重合凝集法が好ましい。

【 0 0 4 3 】

乳化重合凝集法は、先ず乳化重合法により樹脂分散液を調整し、凝集剤を上記樹脂分散液に添加することにより分散液中の樹脂粒子を凝集せしめ、目的とする粒子径の凝集粒子を形成し、その後樹脂のガラス転移温度以上に加熱することにより凝集粒子を融合合一する。その際、顔料、紫外線遮蔽剤、赤外線遮蔽剤等の機能性微粒子を添加することもできる。

【 0 0 4 4 】

その後、得られた融合粒子を洗浄し乾燥して樹脂粉体を得る。洗浄後の固液分離は、特に制限はないが、生産性の点から吸引ろ過、加圧ろ過等が好ましく用い

られる。さらに、乾燥も、特に方法に制限はないが、生産性の点から真空凍結乾燥、フラッシュジェット乾燥、流動乾燥、振動型流動乾燥等が好ましく用いられる。上記製法は加熱温度条件を選択することで樹脂粒子形状を不定形から球形まで制御できる。

【 0 0 4 5 】

通常、上記凝集粒子の融合合一プロセスは、樹脂分散液等を一括で混合し、凝集することによりなされるため均一な混合状態にある凝集粒子を合一することになり、通常、組成は表面から内部まで均一になる。

【 0 0 4 6 】

本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体においては、樹脂粒子に他の微粒子が付着していてもよい（以下、表面に微粒子が付着している樹脂粒子を「微粒子付着樹脂粒子」と称する）。この場合、微粒子の再凝集を防ぐだけでなく、樹脂粒子の有する特性に基づく使用性を保持したまま、微粒子に起因する機能を発現することが可能である。樹脂粒子に付着される微粒子の大きさは、その付着量と樹脂粒子の大きさに依存する。特に好ましい樹脂粒子と微粒子の組み合わせは、（樹脂粒子の粒子径）／（微粒子の粒子径）が2以上である場合である。この比が2未満になると、樹脂粒子に対する微粒子の付着強度が低下する傾向がある。

【 0 0 4 7 】

樹脂粒子に付着される微粒子としては、顔料、紫外線遮蔽剤、赤外線遮蔽剤等、一般に化粧品に配合されるものが用いられる。微粒子として顔料を用いると均一かつ持続的な着色性が得られ、紫外線遮蔽剤を用いると紫外線遮蔽機能による均一かつ持続的な日焼け防止効果が得られ、赤外線遮蔽剤を用いると均一かつ持続的な赤外線遮蔽効果が得られる。顔料としては、化粧品、洗浄料に一般的に使用されるものであれば限定はなく、例えば酸化鉄、ケイ酸アルミニウム等の無機顔料、カーボンブラック等の有機顔料、タルク等の体質顔料などが挙げられ、紫外線遮蔽剤としては、例えば酸化チタン、酸化セリウムなどの無機化合物やベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系及びサリチル酸塩系等の有機化合物などが挙げられ、赤外線遮蔽剤としては、例えば酸化チタン、酸化ジルコニウム、炭化ケイ素又はこれらの化合物などが挙げられる。

【 0 0 4 8 】

更に、樹脂粒子の表面に付着される微粒子が金属化合物である場合、樹脂粒子に対する微粒子の付着性が優れ、樹脂の有する滑剤としての機能に加え金属化合物によって付与される機能の発現により皮膚外用組成物、化粧品に相乗的な効果を与える。つまり、樹脂粉子の有する滑らかさ、伸び及び密着感を保持したまま、金属化合物微粒子の機能（即ち流動化機能、紫外線吸収機能、保存性向上機能）を発現できる。金属化合物としては、二酸化珪素、酸化鉄（ベンガラ、鉄黒）、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウム等、通常化粧料の原料として使用される金属酸化物等が挙げられるが、これに限定されるものではない。

【 0 0 4 9 】

樹脂粒子に対する微粒子の弱付着強度比率は90%以下であることが好ましい。ここで、弱付着強度比率とは、微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体2gを40gの純水に微量の界面活性剤とともに分散し、分散液中に超音波振動子を挿入して50マイクロアンペアの強度で1分間超音波を印加した後、その分散液を遠心分離したときの上澄中の金属化合物量と微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体全体中の金属化合物量の比をいい、樹脂粒子に対する微粒子の付着力の強さを表す。弱付着強度比率が大きいほど、微粒子の付着力が弱く、弱付着強度比率が小さいほど微粒子の付着力が強いと言える。ここで、上澄中の金属化合物量と微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体全体の金属化合物量は、蛍光X線などの元素分析で求められる。

【 0 0 5 0 】

上記のように定義された弱付着強度比率が90%を超えると、樹脂粒子の表面に対する微粒子の付着力が弱いため、皮膚用外用組成物、及び／または化粧品、皮膚洗浄料の使用性が低下する傾向があり、剥離した微粒子による他の配合物への影響等が懸念される。弱付着強度比率は好ましくは50%以下である。

【 0 0 5 1 】

樹脂粒子に対する微粒子の重量比は通常、0.1～90重量%であり、好ましくは0.1～60重量%である。微粒子の重量比が0.1重量%未満では、含有量が少ないため微粒子の機能を発現できない傾向があり、90重量%より多く加

えても樹脂粒子に対する微粒子含有量は増加しない。

【 0 0 5 2 】

本発明の化粧料及び皮膚洗浄料における樹脂粉体の配合量は、その目的とする用途により異なるが、通常 0. 1 ～ 9 0 重量%、好ましくは 0. 5 ～ 6 0 重量%である。配合量が 0. 1 重量%未満では樹脂粉体の持つ効果が現れにくく、また 9 0 重量%を超えても、樹脂粉体が化粧料や洗浄料に与える効果は増加しない。

【 0 0 5 3 】

また、本発明の樹脂粉体及び／または微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体を化粧料に配合する際に、樹脂粉体及び／または微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体以外に化粧料に配合される成分は、化粧料の目的の用途により選択され、特に限定されるものではない。例えば、タルク、カオリン、マイカ、雲母、セリサイト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、リン酸カルシウム等の無機粉末、シリコーン樹脂粉末、セルロース粉末等の有機粉末、二酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、チタン酸鉄、黄酸化鉄、カーボンブラック、低次酸化チタン、マンゴオキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等のパール顔料、アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料、赤色 3 号、赤色 1 0 4 号、赤色 1 0 6 号、赤色 2 0 1 号、赤色 2 0 2 号、赤色 2 0 4 号、赤色 2 0 5 号、赤色 2 2 0 号、赤色 2 2 6 号、赤色 2 2 7 号、赤色 2 2 8 号、赤色 2 3 0 号、赤色 4 0 5 号、赤色 5 0 5 号、橙色 2 0 4 号、橙色 2 0 5 号、黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 2 0 2 号、黄色 2 0 3 号、黄色 2 0 5 号、黄色 4 0 1 号、青色 4 0 4 号等の有機顔料、クロロフィル、βカロチン等の天然色素が挙げられる。

【 0 0 5 4 】

上記粉末は、シリコーン処理、金属石鹼処理、脂肪酸処理、界面活性剤処理、あるいは酸、アルカリ、無機塩類による処理、さらにはこれらの複合処理を行った後、配合してもよい。

【 0 0 5 5 】

更に、化粧料や皮膚洗浄料に配合される成分として、スクワラン、ワセリン、

流動パラフィン等の炭化水素類、椿油、オリーブ油などを含む高級脂肪酸や油脂、エステル、高級アルコール等のオイル類、界面活性剤、制汗剤、殺菌剤、水、防腐剤、増粘剤等が挙げられる。

【 0 0 5 6 】

本発明の化粧料、皮膚洗浄料は、通常の方法に従って製造できる。

【 0 0 5 7 】

次に、実施例を比較例と共に挙げて、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【実施例】

(樹脂分散液 1 の調製)

【 0 0 5 8 】

スチレン、*n*-ブチルアクリレート、アクリル酸及びドデカンチオール（以下、「DDT」と称する）を下記表 1 に示す配合量で混合溶解したものを、アニオン性界面活性剤ネオゲン R（第一工業製薬製ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム）13 g をイオン交換水 555 g に溶解したものにフラスコ中で分散、乳化し 10 分間ゆっくりと混合しながら、過硫酸アンモニウム 9 g を溶解したイオン交換水 42.8 g をフラスコに投入し、窒素置換を行った。そののちフラスコを攪拌しながらオイルバスで内容物が 70℃ になるまで加熱し、6 時間そのまま乳化重合を継続し、樹脂分散液 1 を得た。

【表 1】

配合量 (g)	樹脂分散液 1	樹脂分散液 2	樹脂分散液 3
スチレン	540	400	480
<i>n</i> -ブチルアクリレート	60	200	120
アクリル酸	12	18	36
DDT	12	24	3

(樹脂分散液 2 の調製)

【 0 0 5 9 】

スチレン、*n*-ブチルアクリレート、アクリル酸及び DDT の配合量を上記表 1 に示す値とした以外は樹脂分散液 1 と同様にして樹脂分散液 2 を得た。

(樹脂分散液 3 の調製)

【 0 0 6 0 】

スチレン、*n*-ブチルアクリレート、アクリル酸及びDDTの配合量を上記表1に示す値とした以外は樹脂分散液1と同様にして樹脂分散液3を得た。

実施例 1 ～ 7

【 0 0 6 1 】

上記のようにして調製した樹脂分散液1～3を用いて、以下のようにして樹脂粉体を製造した。

【 0 0 6 2 】

即ち先ず樹脂分散液520g、ポリ塩化アルミニウム10重量%水溶液（浅田化学製、PAC100W）4.2g及び0.02M硝酸38gを丸型ステンレス製フラスコ中に入れてホモジナイザー（LKA社製、ウルトラタラックスT50）で十分に混合・分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら60℃まで加熱した。60℃で30分間保持した後、樹脂分散液を緩やかに200g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を90℃まで上げてその温度で一定時間（球形化時間）保持して凝集粒子を得た。

【 0 0 6 3 】

その後、フラスコに1N水酸化ナトリウムを52g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、7時間保持して凝集粒子を融合させて融合粒子を得た。融合粒子の体積平均粒子径（ D_{50} ）をコールターカウンター（日科機社製、マルチサイザーII）を用いて測定した。この融合粒子をpH6.5のイオン交換水（純水）で十分洗浄し、真空凍結乾燥を行った後、20μmメッシュで篩分けを行い、樹脂粉体を得た。

【 0 0 6 4 】

このようにして得られた樹脂粉体に対し次の測定を実施した。即ち、平均体積粒子径（ D_{50} ）、平均体積粒度分布GSD_v、平均個数粒子分布GSD_p及び体積粒子径が20μm以上である粒子の比率についてはレーザー回折式粒度分布測定装置（堀場製作所製、LA-700）を用いて測定し、形状係数SF1についてはルーゼックス画像解析装置（ニコレ社製、LUZEXIII）を用いて測定した。

【0065】

表面性指標値は、下記式に従って算出した。

(表面性指標値) = (比表面積実測値) / (比表面積計算値)

(比表面積計算値) = $6 \Sigma (n \times R^2) / \{ \rho \times \Sigma (n \times R^3) \}$

(ただし、nはコールターカウンター(日科機社製、TAII)におけるチャンネル内の粒子数、Rは上記コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、 ρ は樹脂粒子密度を表す)

【0066】

数平均分子量及び重量平均分子量はいずれも分子量測定器(東ソー社製、HLC-8120)を用いて測定し、重量平均分子量(ポリスチレン換算)は、THFを溶媒として測定した。

【0067】

ガラス転移温度は、示差走査熱量計(島津制作所社製、DSC-50)を用いて昇温速度10℃/minで測定した。

【0068】

圧縮比は、パウダーテスター(ホソカワミクロン社製)を用いて、ゆるみ見掛比重Xと固め見掛比重Yを測定し、測定したX、Yを下記式：

(圧縮比) = (固め見掛比重Y - ゆるみ見掛比重X) / (固め見掛比重Y)

に代入して算出した。

【0069】

含水率は、樹脂粉体1gを正確に秤量し(W1)、この樹脂粉体を乾燥機を用いて110℃で1時間乾燥させた後、乾燥機から取り出して乾燥減量(W2)を測定し、W1、W2から下記式：

含水率(%) = $(W2 / W1) \times 100$

に基づいて算出した。

【0070】

揮発分は、次の方法で測定した。即ち樹脂粉体1重量部に、2-プロパノールを2重量部加え、超音波で30分分散させ、冷蔵庫(5℃)にて1日以上保存し、溶媒抽出を行った。上澄液をガスクロマトグラフィ(GC-14A、島津製作

所製)で分析し、樹脂粉体中の揮発分を定量することにより揮発分を測定した。

分析条件は、以下の通りである。

装置：島津製作所製GC-14A

カラム：CBP20-M 50-0.25

検出器：FID

注入量：1~5 μ l

キャリアガス：He (2.5 kg/cm²)

水素流量：0.6 kg/cm²

空気流量：0.5 kg/cm²

チャートスピード：5 mm/min

感度：Range 101 \times Attenu 20

カラム温度：40℃

Injection Temp：150℃

【0071】

酸価はJIS K 0070に準じて測定した。即ち樹脂粉体を精秤し、300 (ml) ビーカーに試料を入れ、トルエン/エタノール (4/1) の混合液150 (ml) を加え溶解した。これに0.1規定のKOHのメタノール溶液を用いて、電位差滴定を行った。また、同時にブランクについても測定を実施し、以下の式より酸価を求めた。

$$\text{酸価 (mg KOH/g)} = ((S - B) \times f \times 5.61) / W$$

(式中、Wは精秤した樹脂粉体の重さ (g)、SはKOHの使用量 (ml)、Bはブランクでの測定におけるKOHの使用量 (ml)、fはOHのファクターである。)

【0072】

また、樹脂粒子中の不純物量を判定するために以下の測定を行った。即ち先ず樹脂粉体1gをアセトン3gに溶解した後、イオン交換水25gを添加し、このとき析出する析出物をろ過して得られる溶液を調製した。そして、この溶液について表面張力及び導電率の測定を行った。このとき、表面張力は、表面張力計 (協和界面化学社製、CBVP-Z) により測定し、導電率は、導電率計 (横河電

機社製、SC400)により測定した。

【0073】

上記のようにして測定した平均体積粒子径、平均体積粒度分布GSD_v、形状係数SF1、表面性指標値、平均個数粒子分布GSD_p、体積粒子径が20 μ m以上である粒子の比率、数平均分子量、重量平均分子量、ガラス転移温度、圧縮比、含水率、揮発分、酸価、表面張力、導電率の結果を表2に示す。

【表2】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
樹脂分散液	1	2	3	1	1	1	1
球形化時間	7	7	7	10	7	7	7
純水洗浄	実施	実施	実施	実施	実施	未実施	実施
20 μ m篩分	実施	実施	実施	実施	未実施	実施	実施
真空乾燥時間(h)	8	8	8	8	8	8	4
平均体積粒子径(μ m)	6.6	6.7	6.7	6.7	6.8	6.6	6.6
平均体積粒子分布GSD _v	1.19	1.22	1.21	1.20	1.24	1.20	1.20
形状係数SF1	112	112	113	110	113	112	113
表面性指標値	1.35	1.54	1.48	1.34	1.45	2.08	1.35
平均個数粒子分布GSD _p	1.22	1.25	1.23	1.22	1.25	1.23	1.22
体積粒子径が20 μ m以上である粒子の比率(%)	0.04	0.06	0.05	0.04	3.8	0.04	0.04
数平均分子量	1.1 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^3$	2.3 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$
重量平均分子量	2.5 $\times 10^4$	3.6 $\times 10^3$	4.1 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$
ガラス転移温度(°C)	71	38	59	71	71	71	71
圧縮比	0.37	0.42	0.41	0.35	0.41	0.47	0.37
含水率(重量%)	0.26	0.30	0.24	0.26	0.27	0.27	3.22
揮発分(ppm)	29	36	32	29	29	52	118
酸価(mg/KOH/g)	5	9	22	5	5	5	5
表面張力(mN)	45	42	50	45	45	17	45
導電率(μ S)	52	58	49	52	52	108	53
ポリマー	St/Ac	St/Ac	St/Ac	St/Ac	St/Ac	St/Ac	St/Ac
製法	乳化重合 凝集	乳化重合 凝集	乳化重合 凝集	乳化重合 凝集	乳化重合 凝集	乳化重合 凝集	乳化重合 凝集
滑らかさ	4.8	4.2	4.5	4.9	4.0	4.1	3.6
伸び	4.8	4.7	4.7	4.8	4.0	4.2	3.7
密着感	4.9	4.6	3.6	3.2	3.9	4.4	4.6
臭気	4.1	4.0	4.1	4.1	3.9	1.8	4.1

【0074】

また、上記のようにして作製した樹脂粉体を計10名のパネルの内腕部の皮膚に塗布し、滑らかさ、伸び、密着感及び臭気について官能試験を行った。結果を表2に示す。なお、この官能試験における評価基準は以下のように設定し、表2

にはその平均値を記載した。

滑らかさ

大変サラサラした感触で、滑り性がよい… 5

サラサラした感触で滑り性がよい… 4

普通… 3

滑り性が悪い… 2

非常に滑り性が悪い… 1

伸び

均一によく伸びる… 5

よく伸びる… 4

普通… 3

あまり伸びない… 2

全く伸びない、及び／または非常に不均一に伸びる… 1

密着感

密着感については、塗布から30分後の皮膚のサラサラ感により以下のような基準で評価した。

皮膚のサラサラした感触が塗布時とは変わらず持続している… 5

塗布時より劣るがサラサラした感触は持続している… 4

塗布時より効果はかなり減少している… 3

わずかにサラサラした感触が残っている… 2

サラサラした感触を失っている… 1

臭気

全く感じない… 5

わずかに感じるが気にならない… 4

かすかに感じる… 3

少し感じる… 2

感じる… 1

実施例 8

【0075】

ビスフェノールAプロピレンオキサイド付加物、ビスフェノールAエチレンオキサイド付加物、テレフタル酸誘導体からなるポリエステル樹脂100重量部、酢酸エチル80重量部をボールミルで10時間分散後、よく攪拌した（この液をA液とした）。一方、炭酸カルシウム60重量部、水40重量部をボールミルで10時間分散後、炭酸カルシウム分散液7重量部とセロゲンBS-H（第一工業製薬（株））の2%水溶液100重量部をクッキングミキサーMX-915C（松下電器製）に入れて5分間攪拌した（この液をB液とした）。

【0076】

そして、A液及びB液をそれぞれ50重量部ずつ混合し、攪拌機を用いて攪拌して混合液を懸濁した。その後、減圧下で溶媒を除去した。次に6N塩酸を100重量部加えて炭酸カルシウムを除去した後、水洗、乾燥、分級して平均粒子径7.6 μ mの樹脂粉体を得た。

【0077】

こうして得られた樹脂粉体について実施例1～7と同様にして平均体積粒子径、平均体積粒度分布GSD_v、形状係数SF1、表面性指標値、平均個数粒子分布GSD_p、体積粒子径が20 μ m以上である粒子の比率、数平均分子量、重量平均分子量、ガラス転移温度、圧縮比、含水率、揮発分、酸価を測定した。結果を表3に示す。また、溶媒を酢酸エチルに代えた以外は実施例1～7と同様にして表面張力、導電率を測定した。

【表 3】

	実施例 8	実施例 9	実施例 10	比較例 1	比較例 2
樹脂分散液	—	1	—	1	—
球形化時間	—	7	—	5	—
純水洗淨	実施	実施	実施	実施	—
20 μ m 篩分	実施	実施	実施	実施	—
真空乾燥時間 (h)	8	8	8	8	—
平均体積粒子径 (μ m)	6.8	6.6	6.8	6.6	7.6
平均体積粒子分布 GSD _v	1.20	1.19	1.20	1.22	1.32
形状係数 S F 1	120	112	120	145	146
表面性指標値	1.20	1.35	1.20	1.36	2.13
平均個数粒子分布 GSD _p	1.32	1.22	1.32	1.26	1.42
体積粒子径が 20 μ m 以上である粒子の比率 (%)	1.0	0.04	1.0	0.04	4.6
数平均分子量	1.1 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$	1.1 $\times 10^4$	4.0 $\times 10^3$
重量平均分子量	2.5 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$	2.5 $\times 10^4$	3.0 $\times 10^5$
ガラス転移温度 (°C)	71	71	71	71	67
圧縮比	0.45	0.37	0.45	0.62	0.63
含水率 (重量%)	0.25	0.26	0.25	0.29	3.19
揮発分 (ppm)	53	29	53	29	25
酸価 (mg/KOH/g)	21	5	21	5	4
表面張力 (mN)	49	45	49	45	60
導電率 (μ S)	36	52	36	52	23
ポリマー	PES	St/Ac	PES	St/Ac	PES
製法	溶解懸濁	乳化重合 凝集	溶解懸濁	乳化重合 凝集	粉碎
滑らかさ	4.3	4.8	4.5	3.3	2.6
伸び	4.1	4.8	4.2	3.5	2.5
密着感	4.5	4.9	4.6	3.8	3.2
臭気	2.8	4.3	4.6	4.1	4.1

【0078】

また、上記のようにして作製した樹脂粉体について実施例 1～7 と同様にして滑らかさ、伸び、密着感及び臭気について官能試験を行った。結果を表 3 に示す。

比較例 1

【0079】

球形化時間を 5 時間に短縮した以外は実施例 1～7 と同様にして樹脂粉体を製

造した。こうして得られた樹脂粉体について、実施例 1～7 と同様にして平均体積粒子径、平均体積粒度分布 G S D_v、形状係数 S F 1、表面性指標値、平均個数粒子分布 G S D_p、体積粒子径が 2 0 μ m 以上である粒子の比率、数平均分子量、重量平均分子量、ガラス転移温度、圧縮比、含水率、揮発分、酸価、表面張力、導電率を測定した。結果を表 3 に示す。

【 0 0 8 0 】

また、上記のようにして作製した樹脂粉体について実施例 1～7 と同様にして滑らかさ、伸び、密着感及び臭気について官能試験を行った。結果を表 3 に示す。

比較例 2

【 0 0 8 1 】

ポリエステルポリマー（テレフタル酸／ビスフェノール A プロピレンオキシド付加物／シクロヘキサンジメタノール）をエクストルーダーで混練し、得られたスラブを圧延・冷却し、ハンマーミルで破碎した。その後ジェットミルで粉碎し、風力式分級機で分級した粗粉と微粉を除去し、樹脂粉体を得た。

【 0 0 8 2 】

こうして得られた樹脂粉体について実施例 1～7 と同様にして平均体積粒子径、平均体積粒度分布 G S D_v、形状係数 S F 1、表面性指標値、平均個数粒子分布 G S D_p、体積粒子径が 2 0 μ m 以上である粒子の比率、数平均分子量、重量平均分子量、ガラス転移温度、圧縮比、含水率、揮発分、酸価、表面張力、導電率を測定した。結果を表 3 に示す。

【 0 0 8 3 】

また、上記のようにして作製した樹脂粉体について実施例 1～7 と同様にして滑らかさ、伸び、密着感及び臭気について官能試験を行った。結果を表 3 に示す。

実施例 9 及び 1 0

【 0 0 8 4 】

実施例 1 及び実施例 8 で得られた樹脂粉体 2 7 0 g をそれぞれ雲母チタン（エンゲルハードコーポレーション社製、M e a r l i n M a g n a P e a r l 3

0 0 0) 3 0 g とボールミルで 2 時間混合し、微粒子が表面に付着された樹脂粉体を得た。

【0 0 8 5】

こうして得られた樹脂粉体について実施例 1 ～ 7 と同様にして平均体積粒子径、平均体積粒度分布 G S D_v、形状係数 S F 1 (雲母チタン付着前の値)、表面性指標値、平均個数粒子分布 G S D_p、体積粒子径が 2 0 μ m 以上である粒子の比率、数平均分子量、重量平均分子量、ガラス転移温度、圧縮比、含水率、揮発分、酸価、表面張力、導電率を測定した。結果を表 3 に示す。

【0 0 8 6】

また、上記のようにして作製した樹脂粉体について実施例 1 ～ 7 と同様にして滑らかさ、伸び、密着感及び臭気について官能試験を行った。結果を表 3 に示す。

【0 0 8 7】

さらに、上記樹脂粉体については、樹脂粒子に対する微粒子の付着強度の目安となる弱付着強度比率を以下のようにして算出した。即ち先ず上記のようにして得られた微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体 2 g を 4 0 g の純水に微量の界面活性剤とともに分散し、分散液中に超音波振動子を挿入して 5 0 マイクロアンペアの強度で 1 分間超音波を印加した。そして、この分散液を遠心分離し、上澄中の金属化合物量と微粒子付着樹脂粒子全体の金属化合物量を蛍光 X 線分析装置 (島津製作所製、X R F - 1 5 0 0) で求め、この測定値から、下記式：

弱付着強度比率 = (超音波で分離された上澄中の金属化合物 / 全体中の金属化合物量) × 1 0 0

に基づき弱付着強度比率を算出した。この結果、実施例 9 の樹脂粒子の弱付着強度比率は 6 5 %、実施例 1 0 の弱付着強度比率は 9 4 % であった。

実施例 1 1 ～ 1 5

【0 0 8 8】

タルク、マイカ、酸化チタン、雲母チタン、黄酸化鉄、黒酸化鉄、実施例 1, 4, 7, 9, 1 0 の樹脂粒子、スクワラン、ワセリン、香料、防腐剤の配合量を表 4 に示す値とし、表 4 の N o. 1 ～ 1 3 をヘンシェルミキサーで混合後、別途

混合しておいた No. 14～17（表4 参照）を添加し、均一に混合後、粉碎した。そして、これを成形して固形粉末ファンデーションを得た。

【表 4】

No.		実施例 1 1	実施例 1 2	実施例 1 3	実施例 1 4	実施例 1 5	比較例 3	比較例 4
1	タルク	1 4	1 4	1 4	1 4	1 4	1 4	1 4
2	マイカ	3 0	3 0	3 0	3 0	3 0	3 0	3 0
3	酸化チタン	1 5	1 5	1 5	1 5	1 5	1 5	1 5
4	雲母チタン	3	3	3	—	—	3	3
5	黄酸化鉄	1. 6	1. 6	1. 6	1. 6	1. 6	1. 6	1. 6
6	黒酸化鉄	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2
7	実施例 1	3 0	—	—	—	—	—	—
8	実施例 4	—	3 0	—	—	—	—	—
9	実施例 7	—	—	3 0	—	—	—	—
1 0	実施例 9	—	—	—	3 3	—	—	—
1 1	実施例 1 0	—	—	—	—	3 3	—	—
1 2	比較例 1	—	—	—	—	—	3 0—	—
1 3	比較例 2	—	—	—	—	—	—	3 0—
1 4	スクワラン	5	5	5	5	5	5	5
1 5	ワセリン	2. 9	2. 9	2. 9	2. 9	2. 9	2. 9	2. 9
1 6	香料	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1
1 7	防腐剤	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2	0. 2
滑 り		4. 6	4. 8	4. 2	4. 7	4. 6	3. 5	2. 3
伸 び		4. 8	4. 8	4. 2	4. 8	4. 7	3. 6	2. 9
密 着 感		4. 9	3. 7	4. 4	4. 9	4. 5	3. 0	2. 9

【0 0 8 9】

こうして得られた固形粉末ファンデーションについて男女計 2 0 名のパネルの内腕の皮膚に塗布し、滑らかさ、伸び及び密着感について官能試験を行った。結果を表 4 に示す。なお、この官能試験における評価基準は、実施例 1～7 の場合の評価基準と同様とした。

比較例 3, 4

【0 0 9 0】

実施例 1, 4, 7, 9, 1 0 の樹脂粒子に代えて、比較例 1, 2 の樹脂粒子を用い、且つタルク、マイカ、酸化チタン、雲母チタン、黄酸化鉄、黒酸化鉄、スクワラン、ワセリン、香料、防腐剤の配合量を表 4 に示す値とした以外は実施例 1 1～1 5 と同様にして固形粉末ファンデーションを製造した。

【 0 0 9 1 】

こうして得られた固形粉末ファンデーションについて実施例 1 1 ～ 1 5 と同様に、滑らかさ、伸び及び密着感について官能試験を行った。結果を表 4 に示す。

【 0 0 9 2 】

以上の実施例 1 ～ 1 5 及び比較例 1 ～ 4 の結果より、本発明の樹脂粉体及びこれを配合した固形粉末ファンデーションは、伸び及び密着感の点で優れており、塗布時において伸び及び付着性を両立させることができることが分かった。更に、実施例 9, 1 0 及び実施例 1 4, 1 5 の結果より、微粒子付着樹脂粒子からなる樹脂粉体が伸び及び密着感の点で優れていることから、その樹脂粒子の使用性に関する特性が失われないことが分かった。

【 0 0 9 3 】

【発明の効果】

以上説明したように本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性を得ることができる。

【 0 0 9 4 】

また、本発明の化粧料によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性が得られるため、使用性が向上する。また、十分な付着性が得られるため、塗布後においても化粧崩れが起こらなくなる。

【 0 0 9 5 】

更に、本発明の皮膚洗浄料によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性が得られるため、使用性が向上する。また、十分な付着性が得られるため、皮膚洗浄料を洗い流した後も皮膚表面にわずかに皮膚洗浄料が付着し、スベスベ感が残る。

【 0 0 9 6 】

更にまた、本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法によれば、塗布時において十分な伸び及び付着性を得ることができる皮膚外用組成物用樹脂粉体を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

樹脂粒子の粒子径と体積との関係を示すグラフである。

【図 2】

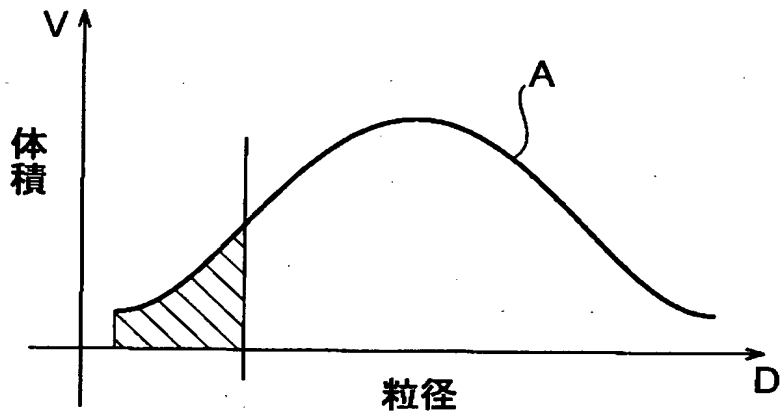
樹脂粒子の粒子径と粒子数との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

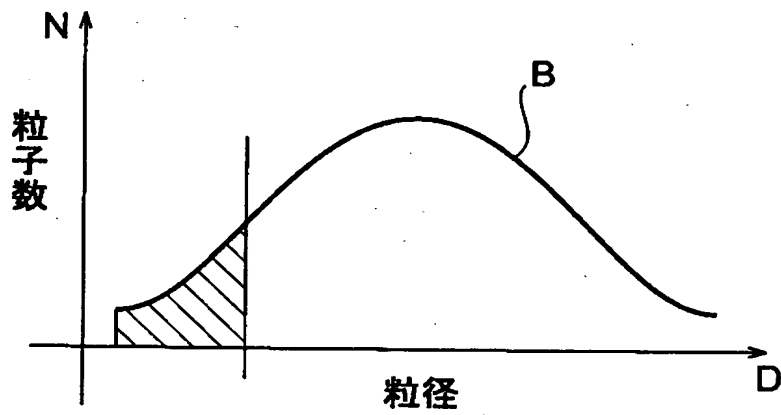
A … 曲線、B … 曲線。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【課題】 化粧品や皮膚洗浄料等の塗布時において十分な伸びと付着性を得ることができる皮膚外用組成物用樹脂粉体、これを用いた皮膚洗浄料及び化粧品並びに皮膚外用組成物用樹脂粉体の製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明の皮膚外用組成物用樹脂粉体は、樹脂粒子の平均体積粒子径が $2.0 \sim 20.0 \mu\text{m}$ であり、形状係数 $SF1$ が $110 \sim 140$ であり且つ平均体積粒度分布 GSD_v が 1.3 以下であることを特徴とする。この発明によれば、塗布時において十分な伸びと付着性を得ることができる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005496]

1. 変更年月日 1996年 5月29日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都港区赤坂二丁目17番22号
氏 名 富士ゼロックス株式会社